



## INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

<b>(51) International Patent Classification:</b> H01L 21/027, G03F 7/42, H01L 21/308	<b>A1</b>	<b>(11) International Publication Number:</b> <b>WO 00/30162</b> <b>(43) International Publication Date:</b> 25 May 2000 (25.05.2000)
<b>(21) International Application Number:</b> PCT/JP99/06291 <b>(22) International Filing Date:</b> 11 November 1999 (11.11.1999) <b>(30) Priority Data:</b> 10/322413 12 November 1998 (12.11.1998) JP 10/344652 03 December 1998 (03.12.1998) JP <b>(60) Parent Application or Grant</b> SHARP KABUSHIKI KAISHA [/]; (). MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC. [/]; (). NOHARA, Masahiro [/]; (). HASHIMOTO, Ryou [/]; (). OKETANI, Taimi [/]; (). ABE, Hisaki [/]; (). MARUYAMA, Taketo [/]; (). AOYAMA, Tetsuo [/]; (). NOHARA, Masahiro [/]; (). HASHIMOTO, Ryou [/]; (). OKETANI, Taimi [/]; (). ABE, Hisaki [/]; (). MARUYAMA, Taketo [/]; (). AOYAMA, Tetsuo [/]; (). OHTANI, Tamotsu ; ().	<b>Published</b>	
<b>(54) Title: NOVEL DETERGENT AND CLEANING METHOD USING IT</b> <b>(54) Titre: DETERGENT ET PROCEDE DE NETTOYAGE AU MOYEN DE CE DETERGENT</b>		
<b>(57) Abstract</b> <p>A detergent which includes 0.1 to 60 wt.% of oxidizer and 0.0001 to 5 wt.% of chelating agent, and which can easily remove a resist pattern layer used as an etching mask during a semiconductor integrated circuit production process and resist residues produced during a dry etching. In addition, the detergent can easily remove conductive thin film-derived residues at dry etching during a liquid crystal panel substrate production process. A cleaning method using the above detergent does not corrode wiring materials and insulating materials for a thin film circuit element and other materials used to produce a semiconductor integrated circuit and a liquid crystal panel substrate.</p> <b>(57) Abrégé</b> <p>La présente invention concerne un détergeant qui comprenant un oxydant pour 0,1% à 60% de sa masse et un chélateur pour 0,0001% à 5% de sa masse. Ce détergent permet facilement d'ôter une couche de résist d'un masque de gravure chimique pendant les opérations de production de circuits intégrés à semi-conducteurs ainsi que les reliquats de résist produits par la gravure à sec. En outre, ce détergeant est facilement capable d'enlever les reliquats de film de gravure à sec pendant les opérations de production d'un substrat pour panneau à cristaux liquides. L'invention concerne également un procédé de nettoyage utilisant ce détergeant sans corrosion, ni du matériau de câblage, ni du matériau isolant utilisé pour un élément de circuit à film mince, ni des autres matériaux utilisés pour la production du circuit intégré à semi-conducteurs ou du substrat de panneau à cristaux liquides.</p>		

PCT

世界知的所有権機関  
国際事務局

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

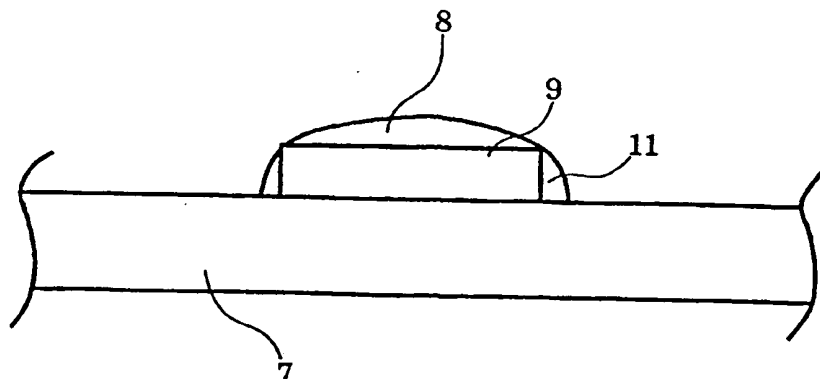


(51) 国際特許分類7 H01L 21/027, 21/308, G03F 7/42	A1	(11) 国際公開番号 WO00/30162
		(43) 国際公開日 2000年5月25日(25.05.00)

(21) 国際出願番号 PCT/JP99/06291	(22) 国際出願日 1999年11月11日(11.11.99)	(30) 優先権データ 特願平10/322413 1998年11月12日(12.11.98) JP 特願平10/344652 1998年12月3日(03.12.98) JP	(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) シャープ株式会社(SHARP KABUSHIKI KAISHA)[JP/JP] 〒545-0013 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 Osaka, (JP) 三菱瓦斯化学株式会社 (MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC.)[JP/JP] 〒100-1000 東京都千代田区丸の内二丁目5番2号 Tokyo, (JP)	(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてののみ) 野原正寛(NOHARA, Masahiro)[JP/JP] 橋本 徹(HASHIMOTO, Ryou)[JP/JP] 桶谷大玄(OKETANI, Taimi)[JP/JP] 〒545-0013 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シャープ株式会社内 Osaka, (JP)	(74) 代理人 弁理士 大谷 保(OHTANI, Tamotsu) 〒105-0001 東京都港区虎ノ門三丁目8番27号 巴町アネックス2号館4階 Tokyo, (JP)	(81) 指定国 CN, KR, SG, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)	添付公開書類 国際調査報告書
-------------------------------	-------------------------------------	--	--	--	---	--	-------------------

(54) Title: NOVEL DETERGENT AND CLEANING METHOD USING IT

(54) 発明の名称 新規な洗浄剤およびこれを用いた洗浄方法



## (57) Abstract

A detergent which includes 0.1 to 60 wt.% of oxidizer and 0.0001 to 5 wt.% of chelating agent, and which can easily remove a resist pattern layer used as an etching mask during a semiconductor integrated circuit production process and resist residues produced during a dry etching. In addition, the detergent can easily remove conductive thin film-derived residues at dry etching during a liquid crystal panel substrate production process. A cleaning method using the above detergent does not corrode wiring materials and insulating materials for a thin film circuit element and other materials used to produce a semiconductor integrated circuit and a liquid crystal panel substrate.

(57)要約

酸化剤0.1～60重量%および、キレート剤0.0001～5重量%含んでなる洗浄剤。前記洗浄剤により、半導体集積回路の製造工程における、エッチングマスクとして用いられたレジストパターン層及びドライエッチング処理中に生じたレジスト残渣物を容易に除去することができる。更に、液晶パネル用基板の製造工程において、ドライエッチング時に導電性薄膜に由来する残渣物も容易に除去することができる。前記洗浄剤を用いた洗浄方法は、薄膜回路素子の配線材料、絶縁材料、半導体集積回路や液晶パネル用基板の製造に用いられる他の材料を腐食することがない。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE アラブ首長国連邦	DM ドミニカ	KZ カザフスタン	RU ロシア
AL アルバニア	EE エストニア	LC セントルシア	SD スーダン
AM アルメニア	ES スペイン	LI リヒテンシュタイン	SE スウェーデン
AT オーストリア	FI フィンランド	LK スリ・ランカ	SG シンガポール
AU オーストラリア	FR フランス	LR リベリア	SI スロヴェニア
AZ アゼルバイジャン	GA ガボン	LS レソト	SK スロヴァキア
BA ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB 英国	LT リトアニア	SL シエラ・レオネ
BB バルバドス	GD グレナダ	LU ルクセンブルグ	SN セネガル
BE ベルギー	GE ギルジア	LV ラトヴィア	SZ スワジランド
BF ブルキナ・ファソ	GH ガーナ	MA モロッコ	TD チャード
BG ブルガリア	GN ギニア	MC モナコ	TG トーゴ
BJ ベナン	GW ギニア・ビサウ	MD モルドヴァ	TJ タジキスタン
BR ブラジル	GR ギリシャ	MG マダガスカル	TZ タンザニア
BY ベラルーシ	HR クロアチア	MK マケドニア	TM トルクメニスタン
CA カナダ	HU ハンガリー	共和国	TR トルコ
CF 中央アフリカ	ID インドネシア	マリ	TT トリニダード・トバゴ
CG コンゴ	IE アイルランド	MN モンゴル	UA ウクライナ
CH スイス	IL イスラエル	MR モーリタニア	UG ウガンダ
CI コートジボアール	IN インド	MW マラウイ	US 米国
CM カメルーン	IS アイスランド	MX メキシコ	UZ ウズベキスタン
CN 中国	IT イタリア	NE ニジェール	VN ヴイエトナム
CR コスタ・リカ	JP 日本	NL オランダ	YU ユーゴスラビア
CU キューバ	KE ケニア	NO ノールウェー	ZA 南アフリカ共和国
CY キプロス	KG キルギスタン	NZ ニュー・ジーランド	ZW ジンバブエ
CZ チェコ	KP 北朝鮮	PL ポーランド	
DE ドイツ	KR 韓国	PT ポルトガル	
DK デンマーク		RO ルーマニア	

**Description**

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

5

## 明 細 書

10

## 新規な洗浄剤およびこれを用いた洗浄方法

## 5 技術分野

15

本発明は、酸化剤とキレート剤とからなる洗浄剤、及びこれを用いて半導体素子および液晶パネル用基板を製造する方法に関する。

20

さらに詳しくは、半導体集積回路の製造工程において、フォトリソスト層およびレジスト残渣物を除去するための洗浄方法、液晶パネル用基板の製造工程において、液晶パネルに使用されるガラス基板の洗浄方法、並びに液晶パネル用基板の製造に用いられるタンタル、アルミニウム、クロム、ニオブ、インジウム-錫酸化物（以後、ITOと称する。）等の薄膜回路素子を製造する際のドライエッチング時の残渣物除去に係わる洗浄方法に関するものである。

25

30

## 15 背景技術

35

従来、ICやLSIなどの半導体素子や液晶パネル用基板の製造においては、一般にリソグラフィ法が採用されている。このリソグラフィ法により半導体素子や液晶パネル用基板を製造する場合には、通常、シリコンウエハーやガラスなどの基板の上に、酸化ケイ素膜などの絶縁膜や導電用として配線を行うための金属膜などの導電薄膜を形成した後、その表面にフォトリソストを均質に塗布して感光層を設け、これに選択的露光及び現像処理を施して所望のレジストパターンを形成し、次いでこのレジストパターンをマスクとして下層部の薄膜に選択的エッチング処理を施す事によりパターンを形成し、次いで該レジストパターンを完全に除去するという一連の工程がとられている。ところで、近年、半導体素子や液晶パネル用基板は高集積化が進み、クォーターミクロン以下のパターン形成が必要となっておりこの様な加工寸法の超微細化に伴い、上記選択的エッチング処理においては、ドライエッチング法が主流となっており、又、レジストパターンの除去も、酸素

40

45

50

55

5 プラズマによる灰化处理（アッシング）が用いられるようになってきた。

しかしながら、このドライエッチング処理においては、形成されたパター  
10 ン周辺部に、ドライエッチングガス、フォトリソレジスト及び導電薄膜などに起  
因する残渣（以下、レジスト残渣物と称する。）が生成する事が知られている。

5 このようなレジスト残渣物が、特にヴィアホール内部及びその周辺部に残存  
すると、高抵抗化を招いたり、電氣的に短絡が生じたりするなどの、好まし  
15 くない事態を招来する。したがって、このレジスト残渣物を除去することは、  
高品質の半導体素子や液晶パネル用基板を得るためには、極めて重要なこと  
20 である。

10 さらに、近年特に、液晶パネルに使用される液晶用ガラス基板の表面積が  
大きくなるとともに、画素数の多いディスプレイが多くなり、それに伴い液  
25 晶用ガラス基板表面全体の洗浄度が歩留りに直接関係するようになり、その  
結果として洗浄力の向上が強く望まれるようになってきた。

現在、液晶用ガラス基板の洗浄剤としては、無機アルカリや有機アルカリ  
30 15 等のアルカリ系洗浄剤、または硫酸、フッ酸、バッファードフッ酸等の酸系  
洗浄剤が使用されている。しかし、無機アルカリを使用した洗浄剤は、洗浄  
後にアルカリイオンが吸着されて残存し、特に薄膜トランジスター（TFT）  
35 基板の場合、残存したアルカリイオンが、電氣的特性上の問題を引き起こす  
ことがある。また、有機アルカリを使用した洗浄剤では、十分な洗浄効果が  
20 得られず、場合によっては次工程で形成される薄膜の密着不良を引き起こす  
等の問題が生じてしまう。また、一般の洗浄剤による洗浄の場合には、エッ  
40 チングによって発生したガラス基板面の損傷による微小な面荒れや、微小な  
粒子の除去が完全ではなく、これらの問題点は液晶の集積度が上がり、ガラ  
ス基板の表面積が大きくなるにつれ、ますます重要な問題となっており、  
45 25 有効な改善方法が強く望まれている。

従来、上記レジスト残渣物の剥離方法に関して、特開昭62-49355  
50 号公報及び、特開昭64-42653号公報等にはアルカノールアミンと有  
機溶剤の混合系からなる有機アミン系剥離液が開示されているが、これらの

剥離液では、処理温度が比較的高く、剥離液中の可燃性有機化合物が蒸発し、  
そのために引火性を有する。また、レジスト残渣の除去の後に、アルコール  
等の有機溶剤を使用しないで水洗を行った場合には、有機アミンがアルカリ  
性を呈し金属膜等を腐食するためリンス液としてアルコール等の有機溶剤を  
必要とする等の種々の欠点を有する。特開平 7-201794 号及び 8-2  
0205 号公報には、有機アミン系剥離液よりもレジスト残渣の除去能力が  
高く、低温で使用できる、フッ素化合物、有機溶剤及び防食剤とからなるフ  
ッ素系水溶液が開示されている。

さらに、近年、半導体素子や液晶パネル用基板の製造工程におけるドライ  
エッチング、アッシング等の処理条件が厳しくなり、フォトレジストがより  
変性することにより、上記、有機アミン系剥離液や、フッ素系水溶液では完  
全な除去が出来なくなっている。また、レジスト残渣を除去せずに放置して  
おくと抵抗の増加、断線、あるいは短絡や配線異常等の電氣的トラブルを生  
じるため、上記レジスト残渣を完全に除去出来る様な洗浄剤が強く要望され  
ている。

さらに、有機アミン系剥離液では、ドライエッチング後のタンタル系残渣  
物については、ほとんど除去されない。このようなタンタル系残渣物を除去  
するために、ドライエッチング後にバッファードフッ酸のようなフッ酸系洗  
浄剤を使用するが、アモルファスシリコンやポリシリコンのようなスイッ  
チング素子の材料やガラス基板を腐食する等の問題点が多い。

#### 発明の開示

本発明の目的は、半導体素子製造工程において発生するレジスト残渣物、  
液晶パネル用基板の製造工程において発生する導電薄膜金属由来の残渣物、  
エッチングマスクとして使用されたフォトレジスト膜及びガラス基板上の汚  
染物を効率的に除去できる洗浄剤を提供することである。

本発明の他の目的は、半導体集積回路に用いられる半導体素子の配線工程  
における、ドライエッチング後に残存する無機質又はプラスチック基体上の

マスク形成されたフォトリソグストやレジソグ残渣を短時間で除去でき、且つ種々の配線材料や絶縁膜材料等を腐食しない洗浄方法を提供することである。

本発明の他の目的は、液晶パネルを製造する工程に使用する液晶用ガラス基板を洗浄する方法を提供することである。

5 本発明の他の目的は、ガラス基板上に薄膜回路を形成する際のドライエツチング時に発生する残渣物を、ガラス基板や薄膜回路素子や配線材料を全く腐食することなく容易に除去でき、極めて効率良く液晶パネル用基板を洗浄する方法を提供することである。

本発明者らは、前記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、酸化剤とキレート剤とからなる洗浄剤および該洗浄剤を使用した洗浄方法を見いだした。本発明はかかる知見に基いて完成したものである。

すなわち、本発明の第一の態様は、酸化剤 0.1～60 重量%および、キレート剤 0.0001～5 重量% 含んでなる洗浄剤である。

本発明の第二の態様は、無機質又はプラスチック基体上に、フォトリソグスト膜を塗布し、次いでマスク形成を行い、非マスク領域をドライエツチングし、ドライエツチング時に発生するレジソグ残渣および/またはマスク形成されたフォトリソグストを上記洗浄剤を用いて除去することを特徴とする洗浄方法である。上記方法において、ドライエツチング後、所望によりさらに灰化処理を行い、しかる後に、ドライエツチング時に発生したレジソグ残渣を、上記洗浄剤によって除去することもできる。

本発明の第三の態様は、ガラス基板上に導電薄膜を形成し、次いで、該導電薄膜上に所定のパターンをレジソグで形成し、これをエツチングマスクとして前記導電薄膜の非マスク領域をドライエツチング除去し、しかる後にドライエツチング時に発生した導電薄膜に由来する残渣物を、上記洗浄剤によって除去することを特徴とする液晶用パネル基板の洗浄方法である。上記方法において、ドライエツチングに引き続き灰化処理を行い、その後に、残渣物を洗浄剤によって除去してもよい。



### 図面の簡単な説明

【図 1】実施例および比較例で用いたエッチング処理を行い、さらにアッシング処理を行った Al 合金回路素子の断面図である。

【図 2】実施例及び比較例で用いたエッチング処理後のレジスト膜を有するタンタル薄膜回路素子の断面図である。

【図 3】図 2 で示される薄膜回路素子を洗浄した後のタンタル薄膜回路素子の断面図である。

【図 4】実施例及び比較例で用いたエッチング処理後のレジスト膜を有するニオブ薄膜回路素子の断面図である。

【図 5】図 4 で示される薄膜回路素子を洗浄した後のニオブ薄膜回路素子の断面図である。

### 発明を実施するための最良の形態

本発明の洗浄剤は、酸化剤とキレート剤とからなるものであり、更に好ましくは酸化剤とキレート剤とを含有する水溶液から構成される。

酸化剤としては、過酸化水素、オゾン、過塩素酸等の無機過酸化物及び過酸化ベンゾイル等の有機過酸化物が挙げられる。これらの酸化剤の中で、無機過酸化物が好ましく、特に過酸化水素が好ましい。酸化剤は有機溶剤溶液として用いてもよい。本発明に使用される酸化剤の濃度は洗浄剤全重量の 0.1 ～ 60 重量% で有り、好ましくは 0.5 ～ 30 重量% である。その濃度が 0.1 重量% 未満では、所望の洗浄効果が得られず、60 重量% を超えると導電薄膜材料等の配線材料を腐食する恐れがある。

一方、本発明に使用されるキレート剤としては、エチレンジアミンテトラ酢酸 (EDTA)、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸 (HEDTA)、ジヒドロキシエチルエチレンジアミン四酢酸 (DHEDTA)、1, 3-プロパンジアミン四酢酸 (1, 3-PDTA)、ジエチレントリアミン五酢酸 (DTPA)、トリエチレントトラミン六酢酸 (TTNA)、ニトリロ三酢酸 (NTA)、ヒドロキシエチルイミノ二酢酸 (HIMDA) 等のアミノポリカルボ

ン酸類、あるいはこれらのアンモニウム塩、金属塩、有機アルカリ塩等があげられる。

さらには、メチルジホスホン酸、アミノトリスメチレンホスホン酸、エチリデンジホスホン酸、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸、1-ヒドロキシプロピリデン-1, 1-ジホスホン酸、エチルアミノビスメチレンホスホン酸、ドデシルアミノビスメチレンホスホン酸、ニトリロトリスメチレンホスホン酸、エチレンジアミンビスメチレンホスホン酸、エチレンジアミンテトラキスメチレンホスホン酸、ヘキサンジアミンテトラキスメチレンホスホン酸、ジエチレントリアミンペンタメチレンホスホン酸、1, 2-プロパンジアミンテトラメチレンホスホン酸等の分子中にホスホン酸基を1個以上有するホスホン酸系キレート剤、その酸化体、及びそのアンモニウム塩、有機アミン塩、アルカリ金属塩等、が挙げられる。ホスホン酸系キレート剤の酸化体とは、分子中の窒素原子が酸化されてN-オキシド体となっているものである。

メタリン酸、テトラメタリン酸、ヘキサメタリン酸、トリポリリン酸などの縮合リン酸類、あるいはこれらのアンモニウム塩、金属塩、有機アミン塩等もキレート剤として用いることが出来る。

上記キレート剤は何れも使用できるが、好ましくは、分子中にホスホン酸基を2個以上有するホスホン酸系キレート剤、さらに好ましくは、分子中にホスホン酸基を2～6個有するホスホン酸系キレート剤である。具体的には、1, 2-プロパンジアミンテトラメチレンホスホン酸、ジエチレントリアミンペンタメチレンホスホン酸、エチレンジアミンテトラキスメチレンホスホン酸等が好ましく、特に好ましくは、1, 2-プロパンジアミンテトラメチレンホスホン酸である。

上記キレート剤は、単独でも2種以上適宜組み合わせて用いてもよい。

上記キレート剤の濃度は特に制限はないが、通常、洗浄剤全量に対して0.0001～5重量%であり、洗浄効果、経済性等の理由から0.01～3重量%が特に好ましい。濃度が0.0001重量%未満では、所望の洗浄効果

5 5 重量%を越えると導電薄膜材料を腐食する恐れがある。

本発明の洗浄剤のpHは特に制限はない。通常、pH 3～12の範囲で使  
10 用されるが、エッチング条件、使用される無機質基体の種類等により選択す  
れば良い。アルカリ性で使用する場合は、アンモニア、アミン、テトラメチ  
5 ルアンモニウム水酸化物の如き第四級アンモニウム水酸化物等を添加すれば  
15 良く、酸性で使用する場合は、有機酸、無機酸等を添加すれば良い。

また本洗浄剤の濡れ性を向上させるために、界面活性剤を添加しても何等  
差し支えなく、カチオン系、ノニオン系、アニオン系の何れの界面活性剤を  
20 本発明の効果に悪影響を及ぼさない量用いてもよい。なかでも好ましくは、  
10 スルホン酸系界面活性剤、ポリカルボン酸型界面活性剤またはエチレンオキ  
サイド付加型の界面活性剤である。

25 本発明の洗浄方法を実施する際の温度は、通常は常温～80℃の範囲であ  
り、エッチングの条件や、使用される基体材料により適宜選択すればよい。

本発明の洗浄方法において使用される無機質基体の材料としては、シリコ  
30 ン、非晶性シリコン、ポリシリコン、酸化シリコン、窒化シリコン等のシリ  
15 コン系材料；アルミニウム、アルミニウム合金、チタン、チタン合金、窒化  
チタン、タングステン、タングステン合金、タンタル、タンタル酸化物、タ  
ンタル合金、クロム、クロム酸化物、クロム合金、ニオブ、ニオブ合金、I  
35 T O（インジウム－錫酸化物）等の絶縁薄膜又は導電薄膜材料；ガリウム－  
20 砒素、ガリウム－リン、インジウム－リン等の化合物半導体があげられる。  
プラスチック基体の材料としては、エポキシ樹脂、アクリル樹脂、ポリエス  
40 テル樹脂、ポリエーテルスルホン樹脂、ポリアクリレート樹脂、ポリエーテ  
ルイミド樹脂、ポリアリーレート樹脂、ポリイミド樹脂、ポリカーボネート  
樹脂等があげられる。

45 25 本発明の半導体素子の洗浄方法は、無機質基体上に所定パターンをフォト  
レジストで形成した後、上記導電薄膜の非マスク領域をドライエッチング除  
去し、その際に生じるレジスト残渣を、上述した洗浄剤で除去するものであ  
50 るが、ドライエッチング後、所望により、灰化处理を行い、しかる後にドラ

イエッチングにより生じた残渣を、上述した洗浄剤で除去することもできる。

本発明の液晶パネル用基板の洗浄方法は、ガラス基板上に所定パターンを  
フォトレジストで形成した後、上記導電薄膜の非マスク領域をドライエッチ  
ング除去し、その際に生じるレジスト残渣を、上述した洗浄剤で除去するも  
のであるが、ドライエッチング後、所望により、灰化処理を行い、しかる後  
にドライエッチングにより生じた残渣を、上述した洗浄剤で除去することも  
できる。

ここで言う灰化処理（アッシング）とは、例えば有機高分子よりなるフォ  
トレジストを、プラズマ中で発生する酸素プラズマにより、燃焼反応でCO、  
CO<sub>2</sub>として除去するものである。具体的な方法としては、一対の電極間に  
介在される容器内に、被処理基板とアッシングガスを封入し、前記電極に高  
周波電力を印加し、前記容器内にアッシングガスのプラズマを発生させ、こ  
のプラズマ中の活性イオンと基板表面の物質とを反応させてフォトレジスト  
を気化させることにより、フォトレジストを除去する。

本発明による洗浄剤を使用した後のリンスとしては、アルコールの様な有  
機溶媒を使用する必要はなく、水でリンスするだけで充分である。

尚、本発明は、前述した酸化剤とキレート剤とからなる洗浄剤を用いて、  
ガラス基板そのものを洗浄する方法も提供するが、この方法で洗浄されたガ  
ラス基板は、様々な液晶パネル用基板として有用である。また、本発明の液  
晶パネル用基板の洗浄方法にあつては、予め上記ガラス基板の洗浄方法によ  
って洗浄したものを使用することもできる。

次に実施例および比較例により本発明を更に具体的に説明する。但し、本  
発明はこれらの実施例により制限されるものではない。

#### 実施例 1

##### (1) 洗浄剤の調製

超純水 948 g に酸化剤として、高純度過酸化水素 50 g、キレート剤と  
して 1, 2-プロパンジアミンテトラメチレンホスホン酸 2 g を添加し攪拌  
して均一にし、洗浄剤を調製した。

## (2) レジスト残渣の除去

シリコン基板上に、酸化膜、チタンバリアメタル膜、窒化チタンバリアメタル膜、A l 合金 (A l - C u) 導電薄膜、窒化チタンバリアメタル膜を順次設け、その上にフォトリソグレイスを塗布した。フォトリソグレイスによりフォトリソグレイスにパターンを形成し、これをマスクとしてフッ素系ガスを使用して、ドライエッチング処理を行った。さらに酸素プラズマにより、灰化処理を行った。得られた A l 合金回路素子の断面図を図 1 に示す。図 1 において、シリコン基板 1 上には、酸化膜 2、チタンバリアメタル膜 3、窒化チタンバリアメタル膜 4 a、A l 合金導電薄膜 5、窒化チタンバリアメタル膜 4 b が順次形成されており、これらの側壁にレジスト残渣 6 が残存している。

その後、この A l 合金回路素子を上記 (1) で調製した洗浄剤に 50℃ で 5 分間浸漬し、超純水でリンスして乾燥した。しかる後に、走査型電子顕微鏡 (SEM) で表面状態を観察し、レジスト残渣の剥離性および A l 合金導電薄膜の腐食について下記の判定基準にしたがって、評価した。その結果、レジスト残渣は完全に除去され、A l 合金の腐食は全く認められなかった。なお SEM 観察による評価基準は次の通りである。

(剥離状態) ◎ : 完全に除去された。

○ : ほぼ完全に除去された。

△ : 一部残存が認められた。

× : 大部分残存していた。

(腐食状態) ◎ : 腐食が全く認められなかった。

○ : 腐食がほとんど認められなかった。

△ : クレーター状あるいはピット状の腐食が認められた。

× : A l 合金導電薄膜の全面に荒れが認められ、

さらに、A l 合金導電薄膜の後退が認められた。

## 実施例 2 ～ 9

実施例 1 と同様に A l 合金回路素子を制作し、表 1 に示す組成の洗浄剤に

表 1 に示す処理条件で浸漬した後、超純水でリンスを行い、乾燥した。側面壁に残存するレジスト残渣の剥離性及び、A 1 合金導電薄膜の表面の腐食状態について S E M 観察を行った。結果を表 1 に示した。

#### 比較例 1 ～ 5

- 5 表 1 に示す組成の洗浄剤に表 1 に示す処理条件で浸漬した後、超純水でリンスを行い、乾燥した。側面壁に残存するレジスト残渣の剥離性及び、A 1 合金導電薄膜の表面の腐食状態について、実施例と同様に上記の判定基準に従い S E M 観察により評価を行った。結果を表 1 に示した。

表 1

	洗浄剤組成			洗浄条件		評 価	
	酸化剤 (重量%)	キレート剤 (重量%)	水 (重量%)	温度 (°C)	時間 (分)	剥離性	腐食性
実施例							
1	HP (5)	PDTP (0.2)	94.8	50	5	◎	◎
2	HP (10)	PDTP (0.05)	89.95	50	5	◎	◎
3	HP (3)	PDTP (1)	96.0	50	5	◎	◎
4	HP (5)	DTPP (0.2)	94.8	50	5	◎	◎
5	HP (10)	EDTA (1)	89.0	50	5	◎	◎
6	HP (5)	EDTP (0.3)	94.7	50	5	◎	◎
7	HP (5)	PDTP (0.2)	94.8	30	15	◎	◎
8	HP (5)	PDTP (0.2)	94.8	70	1	◎	◎
9	HP (0.5)	PDTP (1.5)	98.0	60	10	◎	◎
比較例							
1	HP (5)	—	95	50	5	△	◎
2	—	PDTP (0.5)	99.5	50	5	×	◎
3	HP (10)	—	90	50	5	△	◎
4	HP (10)	—	90	70	20	○	○
5	—	EDTA (2)	98.0	50	10	×	◎

10 HP : 過酸化水素

PDTP : 1, 2-プロパンジアミンテトラメチレンホスホン酸

DTPP：ジエチレントリアミンペンタメチレンホスホン酸

EDTA：エチレンジアミンテトラ酢酸

EDTP：エチレンジアミンテトラキスメチレンホスホン酸

#### 5 実施例 10

15 実施例 1 と同じ方法で、シリコン基板上に、Al 合金 (Al-Cu) 導電  
薄膜その他を設け、その上にフォトレジストを塗布しフォトリソグラフィー  
により、パターンを形成し、これをマスクとしてフッ素系ガスを使用して、  
20 ドライエッチング処理を行った。マスク形成されたフォトレジストおよびド  
10 ライエッチング時に発生したレジスト残渣物を実施例 1 と同じ組成の洗浄剤  
に 50℃で 5 分間浸漬し、超純水でリンスして乾燥した。しかる後に、SEM  
25 で表面状態を観察し、マスク形成されたフォトレジストおよびレジスト残  
渣の剥離性および Al 合金導電薄膜の腐食について上記の判定基準にしたが  
って、評価した。その結果、マスク形成されたフォトレジストおよびレジス  
30 15 ト残渣は完全に除去され、Al 合金導電薄膜の腐食は全く認められなかった。

#### 実施例 11

##### (1) 洗浄剤の調製

35 超純水 94.7 g に酸化剤として、高純度過酸化水素 5.0 g、キレート剤と  
して 1, 2-プロパンジアミンテトラメチレンホスホン酸 3 g を添加し攪拌  
20 して均一にし、洗浄剤を調製した。

##### (2) 洗浄

40 ガラス基板上にタンタル薄膜をスパッタリングで設け、その上にフォトレ  
ジストを塗布しフォトリソグラフィーによりパターンを形成し、これをマ  
スクとしてフッ素系ガスを使用してドライエッチング処理を行った。そこで形  
45 25 成されたタンタル薄膜回路素子の断面図を図 2 に示す。図 2 おいて、ガラス  
基板 7 上に形成されたタンタル薄膜 9 上にはフォトレジストパターン 8 が残  
存しており、タンタル薄膜 9 の側壁にはレジスト残渣 11 が生じている。ド  
50 ライエッチング処理時に生成したタンタル微粒子 10 等のタンタル系残渣物

が飛散し、ガラス基板 7 上に残存している。

その後、このタンタル薄膜回路素子を上記(1)で調整した洗浄剤に 50℃  
で 10 分間浸漬し、超純水でリンスして乾燥した。この洗浄後のタンタル薄  
膜回路素子の断面図を図 3 に示す。

しかる後に、走査型電子顕微鏡 (SEM) でガラス基板 7 の表面を観察し、  
タンタル微粒子の除去性について、下記の判定基準に従い評価を行った。そ  
の結果、タンタル微粒子等のタンタル系残渣物は完全に除去された。その結  
果を第 2 表に示す。

〈除去性の判定基準〉

◎：完全に除去された。

○：ほぼ完全に除去された。

△：一部残存物が認められた。

×：大部分が残存していた。

#### 実施例 12～16 および比較例 6～8

実施例 11 と同様にして、タンタル薄膜回路素子を製作し、表 2 に示す組  
成の洗浄剤に、タンタル薄膜回路素子を表 2 に示す条件で浸漬した後、超純  
水でリンスして乾燥した。得られたタンタル薄膜回路素子のガラス基板 7 の  
表面を、走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察し、タンタル微粒子の除去性に  
ついて、実施例 11 と同様に上記の判定基準に従い評価を行った。その結果  
を表 2 に示す。

表 2

	洗浄剤組成			洗浄条件		タンタル微粒 子の除去性
	酸化剤 (重量%)	キレート剤 (重量%)	水 (重量%)	温度 (°C)	時間 (分)	
実施例						
11	HP (5)	PDTP (0.3)	94.7	50	10	◎
12	HP (5)	DTPP (0.3)	94.7	50	10	◎



5

10

15

25

13	HP (5)	EDBP (0.3)	94.7	50	10	◎
14	HP (5)	EDTA (0.5)	94.5	50	15	◎
15	HP (10)	PDTP (0.3)	89.7	40	10	◎
16	HP (3)	PDTP (0.3)	96.7	60	10	◎
比較例						
6	HP (5)	—	95.0	50	10	△
7	—	PDTP (0.3)	99.7	50	10	×
8	—	DTTP (0.3)	99.7	50	10	×

HP : 過酸化水素

20

PDTP : 1, 2-プロパンジアミンテトラメチレンホスホン酸

DTTP : ジエチレントリアミンペンタメチレンホスホン酸

EDTA : エチレンジアミンテトラ酢酸

5 EDTP : エチレンジアミンテトラキスメチレンホスホン酸

#### 比較例 9

30

10

35

実施例 11 のタンタル薄膜回路素子を用い、モノエタノールアミン 60 重量%、N-メチルピロリドン 40 重量% からなる剥離液で、80℃、10 分間洗浄を行い、イソプロパノールでリンスを行い乾燥した後、走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察を行った結果、図 2 中のタンタル微粒子は大部分が残存していた。

#### 実施例 17 ~ 22 および比較例 10 ~ 12

40

45

50

55

ガラス基板上にニオブ薄膜をスパッタリングで設け、その上にフォトレジストを塗布し、フォトリソグラフィによりパターンを形成し、これをマスクとしてフッ素系ガスを使用してドライエッチング処理を行った。そこで形成されたニオブ薄膜回路素子の断面図を図 4 に示す。図 4 において、ガラス基板 12 上に形成されたニオブ薄膜 14 上にはフォトレジストパターン 13 が存在し、ドライエッチング処理時に生成したニオブ微粒子 15 等のニオブ系残渣物が飛散し、ガラス基板 12 上に残存している。その後、このニオブ薄膜回路素子を表 3 に示す組成の洗浄液に表 3 に示す条件で浸漬した後、超

純水でリンスして乾燥した。洗浄後のニオブ薄膜回路素子の断面図を図 5 に示す。

しかる後に、走査型電子顕微鏡 (SEM) でガラス基板 12 の表面を観察し、ニオブ微粒子の除去性について、実施例 11 と同様に上記の判定基準に従い評価を行った。その結果を表 3 に示す。

表 3

	洗浄剤組成			洗浄条件		ニオブ微粒子の除去性
	酸化剤 (重量%)	キレート剤 (重量%)	水 (重量%)	温度 (°C)	時間 (分)	
実施例						
17	HP (5)	PDTP (0.3)	94.7	50	10	◎
18	HP (5)	DTPP (0.3)	94.7	50	10	◎
19	HP (5)	EDBP (0.3)	94.7	50	10	◎
20	HP (5)	EDTA (0.5)	94.5	50	15	◎
21	HP (10)	PDTP (0.3)	89.7	40	10	◎
22	HP (3)	PDTP (0.3)	96.7	60	10	◎
比較例						
10	HP (5)	—	95.0	50	10	△
11	—	PDTP (0.3)	99.7	50	10	×
12	—	DTPP (0.3)	99.7	50	10	×

HP : 過酸化水素

PDTP : 1, 2-プロパンジアミンテトラメチレンホスホン酸

DTPP : ジエチレントリアミンペンタメチレンホスホン酸

EDTA : エチレンジアミンテトラ酢酸

EDTP : エチレンジアミンテトラキスメチレンホスホン酸

#### 比較例 13

図 4 のニオブ薄膜回路素子を用い、モノエタノールアミン 60 重量%、N-メチルピロリドン 40 重量%からなる剥離液で、80℃、10 分間洗浄を行い、イソプロパノールでリンスを行い、乾燥した後、走査型電子顕微鏡 (S

EM) で観察を行った結果、図4中のニオブ微粒子15は大部分が残存していた。

#### 実施例23

ガラス基板を、過酸化水素5重量%と、1,2-プロパンジアミンテトラメチレンホスホン酸0.2重量%を含有し、残部が水である洗浄剤で、30℃、15分間洗浄を行った。水洗、乾燥後、走査型電子顕微鏡(SEM)で観察を行ったところ、損傷や表面荒れは全く認められなかった。

また、洗浄後のガラス基板上に、3000Åの膜厚でタンタル薄膜をスパッタリングで形成後、樹脂テープを付着し、剥がれテストを行ったが、タンタル膜厚の剥がれは全く認められなかった。

#### 比較例14

ガラス基板を、バッファードフッ酸水溶液に、23℃で15分間洗浄を行った。水洗、乾燥後、SEMで観察を行ったが、ガラス表面の損傷が明らかに認められた。

#### 比較例15

ガラス基板を0.5重量% TMAH (テトラメチルアンモニウム水酸化物) 水溶液で、23℃で15分間洗浄を行った。水洗、乾燥後、SEMで観察を行ったが、表面荒れは全く認められなかった。

しかし、洗浄後のガラス基板上に、3000Åの膜厚で、タンタル膜厚をスパッタリングで形成した後、樹脂テープを接着し、剥れテストを行った結果、タンタル薄膜はほぼ全面にわたって剥れが認められ、接着不良であることが判明した。

#### 実施例24

実施例11と同じ方法で、ガラス基板上にタンタル薄膜をスパッタリングで設け、その上にフォトレジストを塗布しフォトリソグラフィによりターンを形成し、これをマスクとしてフッ素系ガスを使用してドライエッチング処理を行った後、さらに酸素プラズマを用い、170℃で3分間灰化処理を行い、しかる後に、ドライエッチング時に発生したタンタル系残渣物を、実

5 施例 11 と同じ組成の洗浄剤に 50℃ で 10 分間浸漬し、超純水でリンスして乾燥した。その結果得られたタンタル薄膜回路素子のガラス基板の表面を、  
10 走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察を行い、タンタル微粒子の除去性について、上記と同じ判定基準に従い評価を行った。その結果、タンタル微粒子等  
5 のタンタル系残渣物は完全に除去された。

#### 15 産業上の利用の可能性

本発明の洗浄液によれば、無機質又はプラスチック基体上に塗布されたフ  
20 ォトレジスト膜、レジスト残渣またはアッシング処理された後残存するレジ  
10 スト残渣を、短時間に容易に除去でき、その際配線材料を全く腐食しない。

また、本発明の洗浄液によれば、ドライエッチング時に発生する導電薄膜  
25 に由来する残渣物を容易に除去できると共に、ガラス基板や薄膜回路素子に  
使用されるスイッチング素子や配線材料を全く腐食することなく、十分に洗  
浄することができるため、清浄化された不純物の極めて少ない高品質の液晶  
30 パネルを得ることが出来る。  
15

さらに、本発明の洗浄液によれば、ガラス基板そのものの洗浄にも極めて効  
果的であり、この方法で洗浄されたガラス基板は、様々な高品質液晶パネル  
35 用基板として有用である。

Claims

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

## 請 求 の 範 囲

10

1 酸化剤 0.1～60重量%および、キレート剤 0.0001～5重量%  
含んでなる洗浄剤。

5

2 酸化剤が、過酸化水素である請求項 1 記載の洗浄剤。

15

3 キレート剤が、アミノポリカルボン酸、ホスホン酸系キレート剤及び  
縮合リン酸からなる群より選ばれた少なくとも一である請求項 1 記載の洗浄  
剤。

20

4 ホスホン酸系キレート剤がメチルジホスホン酸、アミノトリスメチレ  
ンホスホン酸、エチリデンジホスホン酸、1-ヒドロキシエチリデン-1,  
1-ジホスホン酸、1-ヒドロキシプロピリデン-1, 1-ジホスホン酸、  
エチルアミノビスメチレンホスホン酸、ドデシルアミノビスメチレンホス  
ホン酸、ニトリロトリスメチレンホスホン酸、エチレンジアミンビスメチレン  
ホスホン酸、エチレンジアミンテトラキスメチレンホスホン酸、ヘキサンジ  
アミンテトラキスメチレンホスホン酸、ジエチレントリアミンペンタメチレ  
ンホスホン酸及び 1, 2-プロパンジアミンテトラメチレンホスホン酸から  
なる群より選ばれた少なくとも一である請求項 3 記載の洗浄剤。

10

25

30

35

5 アミノポリカルボン酸がエチレンジアミンテトラ酢酸、ヒドロキシエ  
チルエチレンジアミン三酢酸、ジヒドロキシエチルエチレンジアミン四酢酸、  
20 1, 3-プロパンジアミン四酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸、トリエチ  
レンテトラミン六酢酸、ニトリロ三酢酸及びヒドロキシエチルイミノ二酢酸  
40 からなる群より選ばれた少なくとも一である請求項 3 記載の洗浄剤。

40

45

6 縮合リン酸がメタリン酸、テトラメタリン酸、ヘキサメタリン酸及び  
トリポリリン酸からなる群より選ばれた少なくとも一である請求項 3 記載の  
25 洗浄剤。

7 無機質又はプラスチック基体上に、フォトレジスト膜を塗布し、次い  
でマスク形成を行い、非マスク領域をドライエッチングし、ドライエッチン  
グ時に発生するレジスト残渣物および/またはマスク形成されたフォトレジ

50

55

ストを請求項 1 に記載の洗浄剤を用いて除去することを特徴とする半導体素子の洗浄方法。

8 無機質又はプラスチック基体上に、フォトリソ膜を塗布し、次いでマスク形成を行い、非マスク領域をドライエッチングし、マスク形成されたフォトリソ膜にさらにアッシングを行い、ドライエッチング時に発生したレジスト残渣物を請求項 1 に記載の洗浄剤を用いて除去することを特徴とする半導体素子の洗浄方法。

9 ガラス基板上に導電薄膜を形成し、次いで該導電薄膜上に所定のパターンをフォトリソ膜で形成し、これをエッチングマスクとして前記導電薄膜の非マスク領域をドライエッチング除去し、しかる後にドライエッチング時に発生した導電薄膜に由来する残渣物を、請求項 1 に記載の洗浄剤により除去することを特徴とする液晶パネル用基板の洗浄方法。

10 ガラス基板上に導電薄膜を形成し、次いで該導電薄膜上に所定のパターンをフォトリソ膜で形成し、これをエッチングマスクとして前記導電薄膜の非マスク領域をドライエッチング除去し、さらに灰化处理を行い、しかる後に、ドライエッチング時に発生した導電薄膜に由来する残渣物を、請求項 1 に記載の洗浄剤により除去することを特徴とする液晶パネル用基板の洗浄方法。

11 ガラス基板を請求項 1 に記載の洗浄剤により洗浄することを特徴とするガラス基板の洗浄方法。

図 1

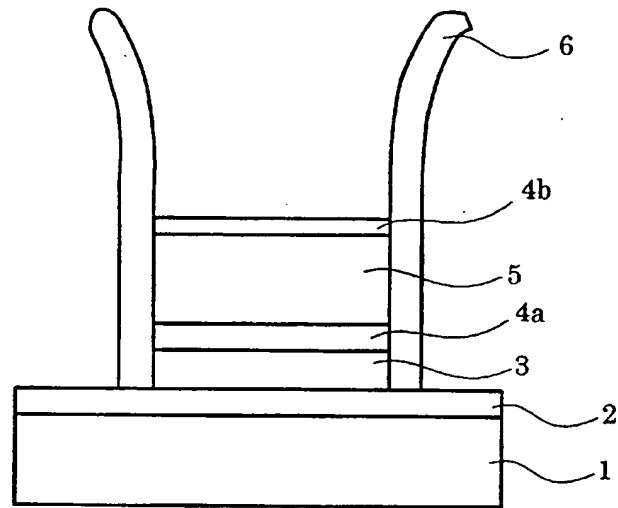


図 2

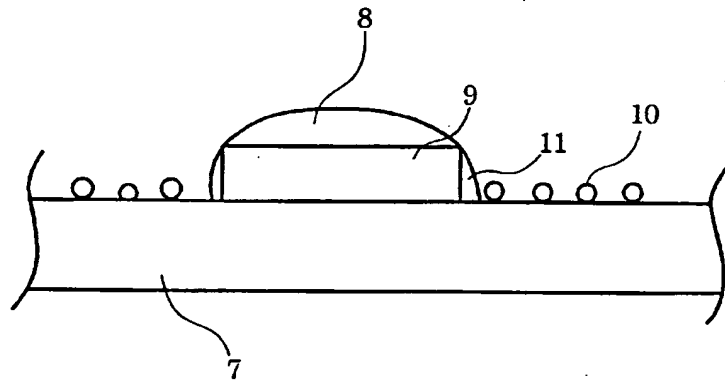




図 3

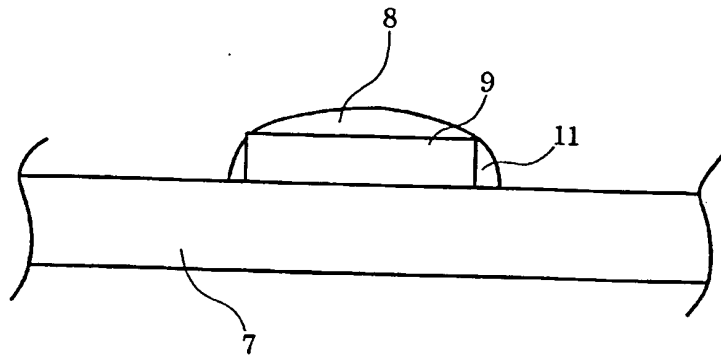


図 4

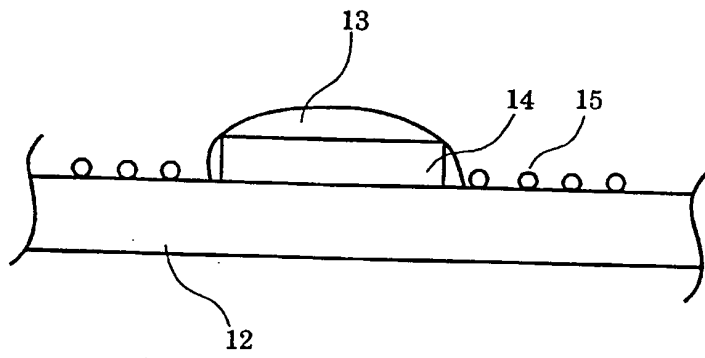
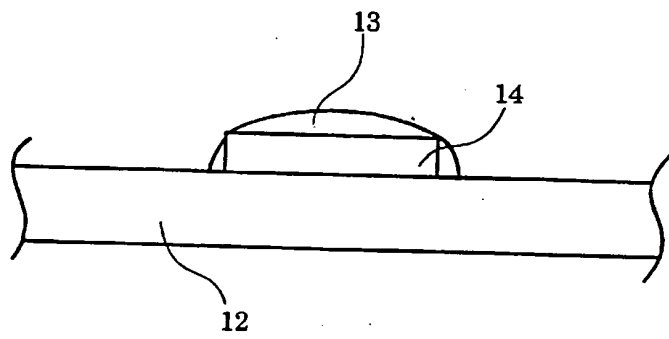


図 5



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06291

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.<sup>7</sup> H01L21/027, H01L21/308, G03F7/42

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl.<sup>7</sup> H01L21/027, H01L21/308, G03F7/42

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 9-286999, A (Kanto Chem. Ind. Ltd., Nissan Chemical Industries, Ltd.), 04 November, 1997 (04.11.97), Claims 4 to 5; Examples 1 to 8; Par. No. [0032] (Family: none)	3,4,7-11
Y	JP, 9-213665, A (Wako Pure Chemical Industries, Ltd.), 15 August, 1997 (15.08.97), Claims 1 to 4; Examples 1 to 6; Par. No. [0054] (Family: none)	3,4,7-11
Y	US, 5302311, A (Mitsubishi Gas Chemical Company, Inc., Tokyo, Japan), 12 April, 1994 (12.04.94), Claim 1; Examples 1,2,4; lines 44-58 & JP, 6-116770, A Claim 1; Examples 1,2; Par. No. [0015] & WO, 9216017, A1 & DE, 69207303, E & EP, 528053, A1	3,4,7-11

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
09 February, 2000 (09.02.00)Date of mailing of the international search report  
22 February, 2000 (22.02.00)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06291

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP, 496605, A2 (WAKO PURE CHEMICAL INDUSTRIES LTD, PUREX CO. LTD), 29 July, 1992 (29.07.92), Claim 4; Examples 1-12; page 13, lines 23-44; Figs. 1, 2 & JP, 5-275405, A Claim 4; Examples 1-12; Par. Nos. [0074]-[0075]; Figs. 1, 2 & CA, 2059841, A & US, 5290361, A	3, 4, 6, 7-11
Y	EP, 560324, A1 (MITSUBISI GAS CHEMICAL COMPANY, INC.), 15 September, 1993 (15.09.93), Claim 1; Examples 1-19; page 5, lines 15-28 & JP, 5-259140, A Claim 1; Examples 1-2; Par. No. [0021] & DE, 69320391, E & US, 5705089, A	1-4, 7-11
Y	JP, 9-298180, A (Sumitomo Chemical Company, Limited), 18 November, 1997 (18.11.97), Claims 1, 2; Examples 1-5; Par. No. [0053] (Family: none)	1-3, 5, 7-11
Y	JP, 9-255991, A (Hitachi, Ltd.), 30 September, 1997 (30.09.97), Claim 6; Examples 1-6; Par. No. [0063]; Figs. 1-10 (Family: none)	3, 5, 7-11
Y	JP, 9-7990, A (Sanyo Electric Co., Ltd.), 10 January, 1997 (10.01.97), Claims 1, 2; Examples; Par. No. [0023]; Fig. 1 (Family: none)	1-3, 5, 7-11
Y	JP, 6-216098, A (NTT Electron Technol. K.K., Piyuaretsukusu K.K.), 05 August, 1994 (05.08.94), Claim 1; Par. No. [0019]; Examples 1 to 14; Par. No. [0055]; Figs. 1, 2 (Family: none)	1-5, 7-11
Y	JP, 5-136113, A (MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION), 01 June, 1993 (01.06.93), Claims 2, 3; Examples 1, 2; Par. No. [0012]; Figs. 1-3 (Family: none)	3, 6, 7-11
Y	JP, 64-15740, A (Mitsubishi Gas Chemical Company, Inc.), 19 January, 1989 (19.01.89), Claim 1; Example 1; Column, "Effect of invention" (Family: none)	3, 6, 7-11
P, X	JP, 11-74180, A (Mitsubishi Gas Chemical Company, Inc.), 16 March, 1999 (16.03.99), Claims 2-6; Examples 8-11; Par. No. [0013] (Family: none)	1-4, 7-9

## 国際調査報告

国際出願番号 PCT/J P 99/06291

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. <sup>7</sup> H01L21/027, H01L21/308, G03F7/42		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. <sup>7</sup> H01L21/027, H01L21/308, G03F7/42		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	J P, 9-286999, A (関東化学株式会社, 日産化学工業株式会社) 4. 11月. 1997 (04. 11. 97) 請求項4-5, 実施例1-8, 段落 [0032] (ファミリーなし)	3, 4, 7-11
Y	J P, 9-213665, A (和光純薬工業株式会社) 15. 8月. 1997 (15. 08. 97) 請求項1-4, 実施例1-6, 段落 [0054] (ファミリーなし)	3, 4, 7-11
Y	US, 5302311, A (Mitsubishi Gas Chemical Company, Inc., Tokyo, Japan) 12. 4月. 1994 (12. 04. 94), 請求項1, 実施例1-2, 4欄44-58行 & J P, 6-116770, A, 請求項1, 実施例1-2, 段落 [0015] & WO, 9216017, A1 & DE, 69207303, E & E	3, 4, 7-11
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技术水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 09. 02. 00	国際調査報告の発送日 22.02.00	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号 100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 吉田 誠治 (印) 2M 7055 電話番号 03-3581-1101 内線 3274	

様式 PCT/ISA/210 (第2ページ) (1998年7月)

C (続き) 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
	P, 528053, A1	
Y	E P, 496605, A2 (WAKO PURE CHEMICAL INDUSTRIES LTD, PUREX CO. LTD) 29. 7月. 1992 (29. 07. 92), 請求項4, 実施例1-12, 13頁23-44行, 第1-2図 & J P, 5-275405, A, 請求項4, 実施例1-12, 段落 [0074] - [0075], 第1-2図 & C A, 2059841, A & U S, 5290361, A	3, 4, 6, 7-11
Y	E P, 560324, A1 (MITSUBISI GAS CHEMICAL COMPANY, INC.) 15. 9月. 1993 (15. 09. 93), 請求項1, 実施例1-19, 5頁15-28行 & J P, 5-259140, A, 請求項1, 実施例1-2, 段落 [0021] & D E, 69320391, E & U S, 5705089, A	1-4, 7-11
Y	J P, 9-298180, A (住友化学工業株式会社) 18. 11月. 1997 (18. 11. 97) 請求項1-2, 実施例1-5, 段落 [0053] (ファミリーなし)	1-3, 5, 7-11
Y	J P, 9-255991, A (株式会社日立製作所) 30. 9月. 1997 (30. 09. 97) 請求項6, 実施例1-6, 段落 [0063], 第1-10図 (ファミリーなし)	3, 5, 7-11
Y	J P, 9-7990, A (三洋電機株式会社) 10. 1月. 1997 (10. 01. 97) 請求項1-2, 実施例, 段落 [0023], 第1図 (ファミリーなし)	1-3, 5, 7-11
Y	J P, 6-216098, A (エヌティティ エレクトロニクス テクノロジー株式会社, 株式会社ビューアレックス) 5. 8月. 1994 (05. 08. 94) 請求項1, 段落 [0019], 実施例1-14, 段落 [0055], 第1-2図 (ファミリーなし)	1-5, 7-11
Y	J P, 5-136113, A (三菱マテリアル株式会社) 1. 6月. 1993 (01. 06. 93) 請求項2-3, 実施例1-2, 段落 [0012], 第1-3図 (ファミリーなし)	3, 6, 7-11
Y	J P, 64-15740, A (三菱瓦斯化学株式会社) 19. 1月. 1989 (19. 01. 89) 請求項1, 実施例1, 発明の効果の欄 (ファミリーなし)	3, 6, 7-11
P, X	J P, 11-74180, A (三菱瓦斯化学株式会社) 16. 3月. 1999 (16. 03. 99) 請求項2-6, 実施例8-11, 段落 [0013] (ファミリーなし)	1-4, 7-9